# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

2001-181616

(43) Date of publication of application: 03.07.2001

(51) Int. Cl.

C09K 11/06

H05B 33/10

H05B 33/14

(21) Application number: 11-370350

(71) Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22) Date of filing:

27. 12. 1999

(72) Inventor:

IGARASHI TATSUYA

# (54) LIGHT EMITTING ELEMENT MATERIAL COMPOSED OF ORTHOMETALATED PALLADIUM COMPLEX AND LIGHT EMITTING ELEMENT

## (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain both a light emitting element having excellent luminescence property and a light emitting element material enabling the excellent luminescence property.

SOLUTION: The light emitting element material comprises an orthometalated palladium complex. The light emitting element contains the light emitting element material.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

## (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-181616 (P2001-181616A)

(43)公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl.7	識別記号	FΙ	テーマコード(参考)
CO9K 11/06	6 6 0	C09K 11/06	660 3K007
H05B 33/10		H 0 5 B 33/10	
33/14		33/14	В

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全 12 頁)

(21)出願番号	特顏平11-370350	(71)出顧人 000005201	
		富士写真フイルム株式会社	
(22)出願日	平成11年12月27日(1999.12.27)	神奈川県南足柄市中沼210番地	
		(72)発明者 五十嵐 達也	
		神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真	
		フイルム株式会社内	
		(74)代理人 100105647	
		弁理士 小栗 昌平 (外7名)	
		Fターム(参考) 3K007 AB01 CA01 CA05 CB01 DA00	
		DB03 EB00 FA01	

(54) [発明の名称] オルトメタル化パラジウム錯体からなる発光素子材料および発光素子

## (57)【要約】

【課題】発光特性が良好な発光素子およびそれを可能に する発光素子材料を提供する。

【解決手段】オルトメタル化パラジウム錯体からなる発 光素子材料および発光素子。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 オルトメタル化パラジウム錯体からなる 発光素子材料。

【請求項2】 一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層に請求項1に記載の発光素子材料を少なくとも一種含有する層であることを特徴とする発光素子。

【請求項3】 請求項1に記載の発光素子材料を含む層を塗布プロセスで成膜することを特徴とする請求項2に記載の発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、電気エネルギーを 光に変換して発光できる発光素子用材料および発光素子 に関し、表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子 写真、照明光源、記録光源、露光光源、読み取り光源、 標識、看板、インテリア等の分野に好適に使用できる発 光素子に関する。

### [0002]

【従来の技術】今日、種々の表示素子に関する研究開発が活発であり、中でも有機電界発光(EL)素子は、低電圧で高輝度の発光を得ることができるため、有望な表示素子として注目されている。例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜を形成する発光素子が知られている(アプライド フィジックス レターズ、51巻、913頁、1987年)。この文献に記載された発光素子はトリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム錯体(A1q)を電子輸送材料として用い、正孔輸送材料(アミン化合物)と積層させることにより、従来の単層型素子に比べて発光特性を大幅に向上させている。

【0003】近年、有機EL素子をカラーディスプレイへと適用することが活発に検討されているが、高性能カラーディスプレイを開発する為には青・緑・赤、それぞれの発光素子の特性を向上する必要が有る。

【0004】発光素子特性向上の手段として、オルソメタル化イリジウム錯体  $(Ir(ppy)_3: Tris-Ortho-MetalatedComplexofIridium (III) with 2-Phenylpyridine) からの発光を利用した緑色発光素子が報告されている (Applied Physics Letters <math>75$ 、4(1999).)。本素子は外部量子収率8%を達しており、従来素子の限界といわれていた外部量子収率5%を凌駕しているが、緑色発光に限定されているため、ディスプレイとしての適用範囲が狭く、高効率で他色に発光する発光素子材料の開発が求められていた。

【0005】一方、有機発光素子において高輝度発光を 実現しているものは有機物質を真空蒸着によって積層し ている素子であるが、製造工程の簡略化、加工性、大面 積化等の観点から塗布方式による素子作製が望ましい。 しかしながら、従来の塗布方式で作製した素子では特に 発光効率の点で蒸着方式で作製した素子に劣っており、 新規発光素子材料の開発が望まれていた。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、発光 特性が良好な発光素子およびそれを可能にする発光素子 用材料の提供にある。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】この課題は下記手段によって達成された。

**●オルトメタル化パラジウム錯体からなる発光素子材料。**

②一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層に①に記載の発光素子材料を少なくとも一種含有する層であることを特徴とする発光素子。

③ ① に記載の発光素子材料を含む層を塗布プロセスで成膜することを特徴とする ② に記載の発光素子。

#### [0008]

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。本発明の化合物はオルトメタル化パラジウム錯体(orthometalated Pd Complexes)からなる発光素子材料である。オルトメタル化金属錯体とは、例えば「有機金属化学-基礎と応用-」p150、232裳華房社山本明夫著1982年発行、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」 p71-p77, p135-p146 Springer-Verlag社 H. Yersin著1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。

【0009】オルトメタル化パラジウム錯体のパラジウ ムの価数は特に限定しないが、2価が好ましい。オルト メタル化パラジウム錯体の配位子は、オルトメタル化錯 体を形成し得る物であれば特に問わないが、例えば、ア リール基置換含窒素へテロ環誘導体(アリール基の置換 位置は含窒素へテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、ア リール基としては例えばフェニル基、ナフチル基、アン トラセニル基、ピレニル基などが挙げられ、含窒素ヘテ ロ環としては、例えば、ピリジン、ピリミジン、ピラジ ン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリ ン、フタラジン、キナゾリン、ナフトリジン、シンノリ ン、ペリミジン、フェナントロリン、ピロール、イミダ ゾール、ピラゾール、オキサゾール、オキサジアゾー ル、トリアゾール、チアジアゾール、ベンズイミダゾー ル、ベンズオキサゾール、ベンズチアゾール、フェナン トリジンなどが挙げられる)、ヘテロアリール基置換含 **窒素へテロ環誘導体(ヘテロアリール基の置換位置は含** 窒素へテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、ヘテロアリ ール基としては例えば前記の含窒素へテロ環誘導体を含 有する基、チオフェニル基、フリル基などが挙げられ る)、7,8-ベンゾキノリン誘導体、ホスフィノアリー ール誘導体、ホスフィノヘテロアリール誘導体、ホスフ

ィノキシアリール誘導体、ホスフィノキシへテロアリール誘導体、アミノメチルアリール誘導体、アミノメチルヘテロアリール誘導体等が挙げられる。アリール基置換含窒素芳香族へテロ環誘導体、ヘテロアリール基置換含窒素芳香族へテロ環誘導体、7,8-ベンゾキノリン誘導体が好ましく、フェニルピリジン誘導体、チオフェニルピリジン誘導体、ア,8-ベンゾキノリン誘導体がさらに好ましく、チオフェニルピリジン誘導体、7,8-ベンゾキノリン誘導体が特に好ましい。

【0010】本発明の化合物は、オルトメタル化錯体を形成するに必要な配位子以外に、他の配位子を有していても良い。他の配位子としては種々の公知の配位子が有るが、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag社 H. Yersin著1987年発行、「有機金属化学-基礎と応用ー」裳華房社山本明夫著1982年発行等に記載の配位子が挙げられ、好ましくは、ハロゲン配位子(好ましくは塩素配位子)、含窒素へテロ環配位子(例えばビピリジル、フェナントロリンなど)、ジケトン配位子、ジチオカルバミン酸配位子、カルボン酸配位子であり、より好

ましくは塩素配位子、ビピリジル配位子、ジチオカルバ ミン酸配位子、ジケトン配位子である。

【0011】本発明の化合物の配位子の種類は1種類でも良いし、複数の種類があっても良い。錯体中の配位子の数は好ましくは1~3種類であり、特に好ましくは1、2種類であり、さらに好ましくは1種類である。【0012】本発明の化合物の炭素数は 好ましくは5

【0012】本発明の化合物の炭素数は、好ましくは5 $\sim$ 100、より好ましくは $10\sim$ 50、さらに好ましくは $14\sim$ 30である。

【0013】本発明の化合物の好ましい形態は、一般式(1)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体、一般式(2)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体、一般式(3)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体である。一般式(2)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体、一般式(3)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体がより好ましい。

[0014]

【化1】

【0015】一般式(1)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体は、化合物中にパラジウム原子を一つ有しても良いし、また、2つ以上有するいわゆる複核錯体であっても良い。他の金属原子を同時に含有していても良い。一般式(2)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体、一般式(3)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体も同様である。

【0016】本発明の化合物のさらに好ましい形態は、一般式(4)で表される化合物、一般式(5)で表される化合物、一般式(6)で表される化合物である。一般式(5)で表される化合物、一般式(6)で表される化合物が特に好ましい。

[0017]

【化2】

# 一般式 (5)

$$(R^{11})_{q11}$$

$$Pd \leftarrow L^{1})_{n}$$

$$(R^{12})_{q12}$$

$$(R^{21})_{q21}$$

$$S \longrightarrow Pd \longrightarrow L^2 )_{n2}$$

$$(R^{22})_{q22}$$

# 一般式(6)

$$(R^{31})_{q31}$$

$$Pd \leftarrow L^3)_{n3}$$

【0018】一般式(4)について説明する。R<sup>11</sup>、R 12は置換基を表し、置換基としては、例えば、アルキル 基 (好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数 1~20、特に好ましくは炭素数1~10であり、例え ばメチル、エチル、iso-プロピル、tert-ブチ ル、n-オクチル、n-デシル、n-ヘキサデシル、シ クロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどが 挙げられる。)、アルケニル基(好ましくは炭素数2~ 30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは 炭素数2~10であり、例えばビニル、アリル、2-ブ テニル、3-ペンテニルなどが挙げられる。)、アルキ ニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭 素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、 例えばプロパルギル、3ーペンチニルなどが挙げられ る。)、アリール基(好ましくは炭素数6~30、より 好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~ 12であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナ フチル、アントラニルなどが挙げられる。)、アミノ基 (好ましくは炭素数0~30、より好ましくは炭素数0 ~20、特に好ましくは炭素数0~10であり、例えば アミノ、メチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミ ノ、ジベンジルアミノ、ジフェニルアミノ、ジトリルア ミノなどが挙げられる。)、アルコキシ基(好ましくは 炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に 好ましくは炭素数1~10であり、例えばメトキシ、エ トキシ、ブトキシ、2-エチルヘキシロキシなどが挙げ られる。)、アリールオキシ基(好ましくは炭素数6~ 30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは 炭素数6~12であり、例えばフェニルオキシ、1-ナ フチルオキシ、2ーナフチルオキシなどが挙げられ る。)、ヘテロアリールオキシ基(好ましくは炭素数1 ~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましく は炭素数1~12であり、例えばピリジルオキシ、ピラ ジルオキシ、ピリミジルオキシ、キノリルオキシなどが 挙げられる。)、アシル基(好ましくは炭素数1~3 0、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭 素数1~12であり、例えばアセチル、ベンゾイル、ホ ルミル、ピバロイルなどが挙げられる。)、アルコキシ カルボニル基(好ましくは炭素数2~30、より好まし くは炭素数 2~20、特に好ましくは炭素数 2~12で あり、例えばメトキシカルボニル、エトキシカルボニル などが挙げられる。)、アリールオキシカルボニル基 (好ましくは炭素数7~30、より好ましくは炭素数7. ~20、特に好ましくは炭素数7~12であり、例えば フェニルオキシカルボニルなどが挙げられる。)、アシ ルオキシ基(好ましくは炭素数2~30、より好ましく は炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であ り、例えばアセトキシ、ベンゾイルオキシなどが挙げら れる。)、アシルアミノ基(好ましくは炭素数2~3 0、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭 素数2~10であり、例えばアセチルアミノ、ベンゾイ ルアミノなどが挙げられる。)、アルコキシカルボニル アミノ基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは 炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~12であ り、例えばメトキシカルボニルアミノなどが挙げられ る。)、アリールオキシカルボニルアミノ基(好ましく

に好ましくは炭素数7~12であり、例えばフェニルオ キシカルボニルアミノなどが挙げられる。)、スルホニ ルアミノ基(好ましくは炭素数1~30、より好ましく は炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であ り、例えばメタンスルホニルアミノ、ベンゼンスルホニ ルアミノなどが挙げられる。)、スルファモイル基(好 ましくは炭素数0~30、より好ましくは炭素数0~2. 0、特に好ましくは炭素数0~12であり、例えばスル ファモイル、メチルスルファモイル、ジメチルスルファ モイル、フェニルスルファモイルなどが挙げられ る。)、カルバモイル基(好ましくは炭素数1~30、 より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数 1~12であり、例えばカルバモイル、メチルカルバモ イル、ジエチルカルバモイル、フェニルカルバモイルな どが挙げられる。)、アルキルチオ基(好ましくは炭素 数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ま しくは炭素数1~12であり、例えばメチルチオ、エチ ルチオなどが挙げられる。)、アリールチオ基(好まし くは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、 特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニル チオなどが挙げられる。)、ヘテロアリールチオ基(好 ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~2 0、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばピリ ジルチオ、2-ベンズイミゾリルチオ、2-ベンズオキ サゾリルチオ、2-ベンズチアゾリルチオなどが挙げら れる。)、スルホニル基(好ましくは炭素数1~30、 より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数 1~12であり、例えばメシル、トシルなどが挙げられ る。)、スルフィニル基(好ましくは炭素数1~30、 より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数 1~12であり、例えばメタンスルフィニル、ベンゼン スルフィニルなどが挙げられる。)、ウレイド基(好ま しくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~2 0、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばウレ イド、メチルウレイド、フェニルウレイドなどが挙げら れる。)、リン酸アミド基(好ましくは炭素数1~3 0、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭 素数1~12であり、例えばジエチルリン酸アミド、フ ェニルリン酸アミドなどが挙げられる。)、ヒドロキシ 基、メルカプト基、ハロゲン原子(例えばフッ素原子、 塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子)、シアノ基、スルホ 基、カルボキシル基、ニトロ基、ヒドロキサム酸基、スト ルフィノ基、ヒドラジノ基、イミノ基、ヘテロ環基(好 ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~1 2であり、ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素 原子、硫黄原子、具体的には例えばイミダゾリル、ピリ

ジル、キノリル、フリル、チエニル、ピペリジル、モル

は炭素数7~30、より好ましくは炭素数7~20、特

ホリノ、ベンズオキサゾリル、ベンズイミダゾリル、ベンズチアゾリルなどが挙げられる。)、シリル基(好ましくは炭素数3~40、より好ましくは炭素数3~30、特に好ましくは炭素数3~24であり、例えばトリメチルシリル、トリフェニルシリルなどが挙げられる。)などが挙げられる。これらの置換基は更に置換されてもよい。また、 $R^{11}$ 基どうし、 $R^{12}$ 基どうし、もしくは、 $R^{11}$ 基、 $R^{12}$ 基が結合して縮環構造を形成しても良い。

【0019】R<sup>11</sup>、R<sup>12</sup>はアルキル基、アリール基が好ましく、アルキル基がより好ましい。

【0020】 $q^{11}$ 、 $q^{12}$ は $0\sim4$ の整数を表し、 $0\sim2$  がより好ましく、0がさらに好ましい。 $q^{11}$ 、 $q^{12}$ が $2\sim4$ の場合、複数個の $R^{11}$ 、 $R^{12}$ はそれぞれ同一または互いに異なっても良い。

【0021】 $L^1$ は配位子を表す。配位子としては前記オルトメタル化パラジウム錯体を形成するに必要な配位子、及び、その他の配位子で説明した配位子が挙げられる。 $L^1$ はオルトメタル化パラジウム錯体を形成するに必要な配位子、含窒素へテロ環配位子、ジケトン配位子、ハロゲン配位子が好ましく、より好ましくはオルトメタル化パラジウム錯体を形成するに必要な配位子、ビビリジル配位子、フェナントロリン配位子である。【0022】 $n^1$ は0、1、2、3を表し、0が好ましい。 $m^1$ は1、2を表し、好ましく2である。 $n^1$ 、 $m^1$ の数の組み合わせは、一般式(4)で表される金属錯体が中性錯体となる数の組み合わせが好ましい。

【0023】一般式(5)について説明する。 $R^{21}$ 、 $R^{22}$ 、 $n^2$ 、 $m^2$ 、 $q^{22}$ 、 $L^2$ はそれぞれ前記 $R^{11}$ 、 $R^{12}$ 、 $n^1$ 、 $m^1$ 、 $q^{12}$ 、 $L^1$ とそれぞれ同義である。 $q^{21}$ は0、1、2を表し、0が好ましい。

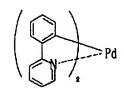
【0024】 -般式(6) について説明する。 $R^{31}$ 、 $n^3$ 、 $m^3$ 、 $L^3$ それぞれ前記 $R^{11}$ 、 $n^1$ 、 $m^1$ 、 $L^1$ と同義である。 $q^{31}$ は0~8の整数を表し、0~2が好ましく、0がより好ましい。

【0025】本発明の化合物は一般式(1)等の繰り返し単位をひとつ有する、いわゆる低分子化合物であっても良く、また、一般式(1)等の繰り返し単位を複数個有するいわゆる、オリゴマー化合物、ポリマー化合物(重量平均分子量(ポリスチレン換算)は好ましくは1000~500000、より好ましくは2000~10000である。)であっても良い。本発明の化合物は低分子化合物が好ましい。

【0026】次に本発明の化合物例を示すが、本発明はこれに限定されない。

[0027]

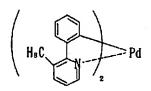
【化3】



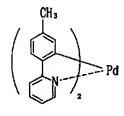
(1-2)

(1-3)

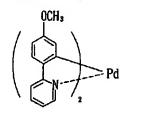
(1-4)



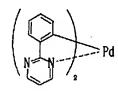
(1-5)



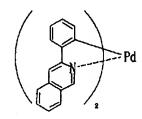
(1-6)



(1-7)



(1-8)

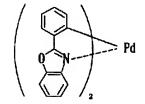


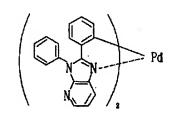
[0028]

【化4】

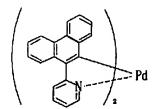


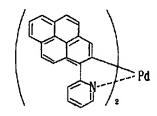
(1-11)





(1-13)





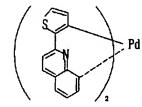
[0029]

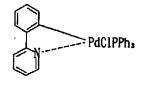
【化5】

(1-15)

(1-16)

(1-17)

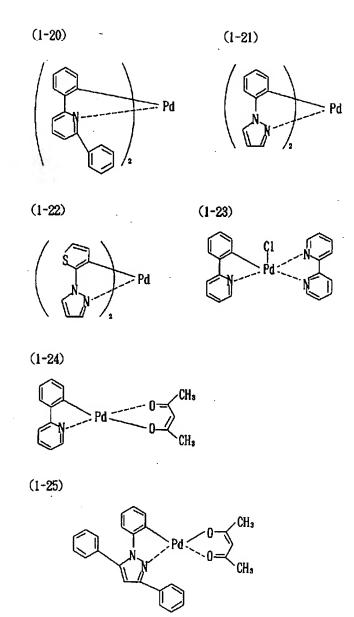




(1-19)

[0030]

【化6】



【0031】本発明の化合物は Inorg.Chem. 1989年、28号、309頁. J.Organomet.Chem. 1987年、327号、101頁. 同 1987年、335号、293頁. J.Org.Chem. 1987年,52号、73頁等、種々の公知の手法で合成することができる。

【0032】次に、本発明の化合物を含有する発光素子に関して説明する。本発明の発光素子は、本発明の化合物を利用する素子であればシステム、駆動方法、利用形態など特に問わないが、本発明の化合物からの発光を利用するもの、または本化合物を電荷輸送材料として利用する物が好ましい。代表的な発光素子として有機EL(エレクトロルミネッセンス)素子を挙げることができる。

【0033】本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法などの方法が用いられ、特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法が

好ましい。

【0034】本発明の発光素子は陽極、陰極の一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄膜を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

【0035】陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ(ITO)等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなど

の有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 $nm\sim5\mu$ mの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 $nm\sim1\mu$ mであり、更に好ましくは100 $nm\sim500$ nmである。

【0036】陽極は通常、ソーダライムガラス、無アル カリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが 用いられる。ガラスを用いる場合、その材質について は、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アル カリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライ ムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施 したものを使用することが好ましい。基板の厚みは、機 械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガ ラスを用いる場合には、通常0.2mm以上、好ましく は0.7mm以上のものを用いる。陽極の作製には材料 によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場 合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着 法、化学反応法(ゾルーゲル法など)、酸化インジウム スズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は 洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、 発光効率を高めることも可能である。例えば I TOの場 合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的であ る。

【0037】陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層な どに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送 層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン 化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。陰極の 材料としては金属、合金、金属ハロゲン化物、金属酸化 物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いる ことができ、具体例としてはアルカリ金属(例えばし i、Na、K等)及びそのフッ化物、アルカリ土類金属 (例えばMg、Ca等)及びそのフッ化物、金、銀、 鉛、アルミニウム、ナトリウムーカリウム合金またはそ れらの混合金属、リチウムーアルミニウム合金またはそ れらの混合金属、マグネシウムー銀合金またはそれらの 混合金属、インジウム、イッテリビウム等の希土類金属 等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4 e V以下の材料 であり、より好ましくはアルミニウム、リチウムーアル ミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウムー 銀合金またはそれらの混合金属等である。陰極は、上記 化合物及び混合物の単層構造だけでなく、上記化合物及 び混合物を含む積層構造を取ることもできる。陰極の膜 厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10nm~ 5 µmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50n  $m\sim1~\mu$ mであり、更に好ましくは $1~0~0~n~m\sim1~\mu$ m である。陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング 法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用い られ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時

に蒸着することもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調整した合金を蒸着させてもよい。陽極及び陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百Ω/□以下が好ましい。

【0038】発光層の材料は、電界印加時に陽極または 正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができ ると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を 注入することができる機能や、注入された電荷を移動さ せる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させ る機能を有する層を形成することができるものであれば 何でもよい。例えばベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾ イミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、スチリ ルベンゼン誘導体、ポリフェニル誘導体、ジフェニルブ タジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、ナ フタルイミド誘導体、クマリン誘導体、ペリレン誘導 体、ペリノン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダ ジン誘導体、ピラリジン誘導体、シクロペンタジエン誘 導体、ビススチリルアントラセン誘導体、キナクリドン 誘導体、ピロロピリジン誘導体、チアジアゾロピリジン 誘導体、シクロペンタジエン誘導体、スチリルアミン誘 導体、芳香族ジメチリディン化合物、8-キノリノール 誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯 体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレ ンビニレン等のポリマー化合物、有機シラン誘導体、本 発明の化合物等が挙げられる。発光層の膜厚は特に限定 されるものではないが、通常1 n m~5 μ m の範囲のも のが好ましく、より好ましくは $5 nm \sim 1 \mu m$ であり、 更に好ましくは10nm~500nmである。発光層の 形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱 蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コー ティング法 (スピンコート法、キャスト法、ディップコ ート法など)、インクジェット法、LB法などの方法が 用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法で ある。

【0039】正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、ポリアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラゾロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリールアシトラセン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチリルアントラセン、誘導体、フルオレノン誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリディン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリション・ボリチオフェン等の導

電性高分子オリゴマー、有機シラン誘導体、本発明の化 合物等が挙げられる。正孔注入層、正孔輸送層の膜厚は 特に限定されるものではないが、通常1nm~5μmの 範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm~1 μm であり、更に好ましくは10nm~500nmである。 正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の1種または2 種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成ま たは異種組成の複数層からなる多層構造であってもよ い。正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空 蒸着法やLB法、前記正孔注入輸送剤を溶媒に溶解また は分散させてコーティングする方法(スピンコート法、 キャスト法、ディップコート法など)、インクジェット 法が用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共 に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例 えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレ ン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレ ート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオ キシド、ポリブタジエン、ポリ(N-ビニルカルバゾー ル)、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポ リアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹 脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル 樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂など が挙げられる。

【0040】電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極か ら電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から 注入された正孔を障壁する機能のいずれか有しているも のであればよい。その具体例としては、トリアゾール誘 導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、 フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、ア ントロン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、チオピラン ジオキシド誘導体、カルボジイミド誘導体、フルオレニ リデンメタン誘導体、ジスチリルピラジン誘導体、ナフ タレンペリレン等の複素環テトラカルボン酸無水物、フ タロシアニン誘導体、8-キノリノール誘導体の金属錯 体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベン ゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種 金属錯体、有機シラン誘導体等が挙げられる。電子注入 層、電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではない が、通常1nm~5μmの範囲のものが好ましく、より 好ましくは5 nm~1 μmであり、更に好ましくは10 nm~500nmである。電子注入層、電子輸送層は上 述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であ ってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からな る多層構造であってもよい。電子注入層、電子輸送層の 形成方法としては、真空蒸着法やLB法、前記電子注入 輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする 方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法 など)、インクジェット法などが用いられる。コーティ ング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散すること ができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入輸送層の場

合に例示したものが適用できる。

【0041】保護層の材料としては水分や酸素等の素子 劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能 を有しているものであればよい。その具体例としては、 In, Sn, Pb, Au, Cu, Ag, Al, Ti, N i等の金属、MgO、SiO、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、G eO, NiO, CaO, BaO,  $Fe_2O_3$ ,  $Y_2O_3$ , TiO<sub>2</sub>等の金属酸化物、MgF<sub>2</sub>、LiF、AlF<sub>3</sub>、C aF<sub>2</sub>等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレ ン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレ ア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフル オロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロ ロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレン との共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1 種のコモノマーとを含むモノマー混合物を共重合させて 得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フ ッ素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率 0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。保護層の形 成方法についても特に限定はなく、例えば真空蒸着法、 スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE (分子線エピタキシ)法、クラスターイオンビーム法、 イオンプレーティング法、プラズマ重合法(高周波励起 イオンプレーティング法)、プラズマCVD法、レーザ ーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、コーテ ィング法を適用できる。

## [0042]

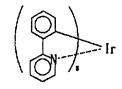
【実施例】以下に本発明の具体的実施例を述べるが、本 発明の実施の態様はこれらに限定されない。

#### 【0043】比較例1

Applied Physics Letters 75、4(1999). に従い、化合物Aを含有するEL素子を作製した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、直流定電圧をEL素子に印加し発光させ、発光波長を浜松フォトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。その結果、ELmax=530nmの緑色発光が得られた。

【0044】 【化7】

#### 化合物A



#### 【0045】実施例1

ポリ (N-ビニルカルバゾール) 40mg、PBD (2-(4-ビフェニル)-5-(4-t-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール) <math>12mg、本発明の化合物 (1-1) 1mgをジクロロエタン 2.5m

1 に溶解し、洗浄した基板上にスピンコートした(1500 rpm,20 sec)。有機層の膜厚は98 nmであった。有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が4 mm×5 mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1を50 nm共蒸着した後、銀50 nmを蒸着した。作製したE L 素子からは、E L max=460 nmの青色の発光が得られた。

#### 実施例 2

実施例1の(1-1)の替わりに(1-2)を用い、実施例1と同様に素子作製した。ELmax=535nmの緑色の発光が得られた。

#### 実施例3

実施例1の(1-1)の替わりに(1-3)を用い、実施例1と同様に素子作製した。ELmax=470nmの 青色の発光が得られた。同様に、本発明の化合物含有E L素子を作製・評価したところ、種々の発光色を有する EL素子を作製できることが確認できた。

12.

## [0046]

【発明の効果】本発明の化合物は有機EL用材料として使用可能であり、また、種々の発光色を有するEL素子を作製できることができる。